

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 02-038368

(43)Date of publication of application : 07.02.1990

---

(51)Int.Cl.

C04B 35/58

---

(21)Application number : 63-186816

(71)Applicant : TOSHIBA CORP

(22)Date of filing : 28.07.1988

(72)Inventor : KASORI MITSUO  
SATO YOSHIKO  
UENO FUMIO  
TSUGE AKIHIKO

---

### (54) PRODUCTION OF SINTERED MATERIAL OF ALUMINUM NITRIDE

#### (57)Abstract:

PURPOSE: To produce a sintered material of AlN having denseness and high thermal conductivity at low sintering temperature in a short time by blending AlN as a main component with AlF<sub>3</sub> and a compound metallic compound and burning.

CONSTITUTION: AlN powder (preferably one having 0.1-2.5 μm average particle diameter and 0.1-3wt.% oxygen content) as a main component is blended with (A) AlF<sub>3</sub> and (B) 0.1-20wt.%, preferably 0.2-15wt.% calculated as cation of an additive comprising at least one selected from (b1) alkaline earth element compound, (b2) rare earth element compound, (b3) alkaline earth element-rare earth element compound, (b4) alkaline earth element compound-aluminum compound, (b5) rare earth element-aluminum compound and (b6) alkaline earth element-rare earth element-aluminum compound as an essential component, ground, incorporated, molded and then burnt at 1,400-1,850° C to give a sintered material of aluminum nitride.

---

### LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平2-38368

⑬ Int. Cl.<sup>5</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成2年(1990)2月7日

C 04 B 35/58

1 0 4 D

7412-4G

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全7頁)

⑮ 発明の名称 窒化アルミニウム焼結体の製造方法

⑯ 特 願 昭63-186816

⑰ 出 願 昭63(1988)7月28日

⑱ 発 明 者 加 曾 利 光 男 神奈川県川崎市幸区小向東芝町1番地 株式会社東芝総合研究所内

⑲ 発 明 者 佐 藤 佳 子 神奈川県川崎市幸区小向東芝町1番地 株式会社東芝総合研究所内

⑳ 発 明 者 上 野 文 雄 神奈川県川崎市幸区小向東芝町1番地 株式会社東芝総合研究所内

㉑ 発 明 者 柘 植 章 彦 神奈川県川崎市幸区小向東芝町1番地 株式会社東芝総合研究所内

㉒ 出 願 人 株 式 会 社 東 芝 神奈川県川崎市幸区堀川町72番地

㉓ 代 理 人 弁 理 士 鈴 江 武 彦 外 2 名

明 細 書

(従来技術)

1. 発明の名称

窒化アルミニウム焼結体の製造方法

2. 特許請求の範囲

窒化アルミニウムを主成分とし、これに

(A) フッ化アルミニウムと、

(B) アルカリ土類元素化合物、希土類元素化合物、アルカリ土類元素希土類元素化合物、アルカリ土類元素アルミニウム酸化物、希土類元素アルミニウム酸化物及びアルカリ土類元素希土類元素アルミニウム化合物から選ばれる少なくとも1種と

を必須成分とする添加物を陽イオン種の元素換算で0.1~20重量%加えて焼結することを特徴とする窒化アルミニウム焼結体の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

[発明の目的]

(産業上の利用分野)

本発明は、窒化アルミニウム焼結体の製造方法に関する。

窒化アルミニウム(A<sub>2</sub>N)は常温から高温まで高強度性を保持し、かつ熔融金属に濡れず、更に電気絶縁性が高く、高熱伝導性である等、多くの優れた特性を有することから新素材として注目されている。特に、近年、A<sub>2</sub>N焼結体の半導体基板への応用研究が盛んに行われ、量産可能なA<sub>2</sub>N焼結体の熱伝導率は数年前までは40~60 W/m・kであったものが、特殊な焼結方法の採用により~200 W/m・kまで改良されるに到っている。

このようなA<sub>2</sub>N焼結体の高熱伝導率化は、高純度A<sub>2</sub>N原料、特に酸素含有量の少ないA<sub>2</sub>N粉末の量産が可能になったことが第1の要因である。酸素含有量の少ないA<sub>2</sub>N粉末を主成分とし、焼結助剤の最適化により高熱伝導性のA<sub>2</sub>N焼結体を得られるようになったが、一方、酸素含有量が少なくなるに伴って焼結性が低下する傾向があり、緻密な焼結体を得るためには従来に比べてより高温、長時間での焼結が必要となってきた。即

ち、酸素含有量の多いA<sub>2</sub>N粉末を原料して得られた焼結体は熱伝導率が低いものの、焼結性に優れ、緻密化が可能となる。

半導体実装基板への応用を考える時、現在広く使用されているアルミナ基板との代替が考えられるが、上述した状況では徹底的な低コスト化が必要であり、焼結温度の上昇、長時間化は製造コストの増加となり、好ましくないものである。

ところで、A<sub>2</sub>N焼結体をホットプレス以外の方法で得ようとする場合、焼結体の緻密化及びA<sub>2</sub>N原料粉末の不純物酸素のA<sub>2</sub>N粒内への固溶を防止するためには、従来より焼結助剤として希土類元素酸化物、アルカリ土類元素酸化物等を添加することが行われている（特開昭60-127267号、特開昭61-10071号、特開昭60-71575号等）。これらの焼結助剤はA<sub>2</sub>N原料粉末の不純物酸素と反応し、液相を生成して焼結体の緻密化を達成すると共に、この不純物酸素を粒界相として固定（酸素トラップ）し、高熱伝導率化を達成すると考えられている。

分とする添加物を陽イオン種の元素換算で0.1～20重量%加えて焼結することを特徴とする窒化アルミニウム焼結体の製造方法である。

上記A<sub>2</sub>Nとしては、酸素が0.1～3重量%含み、遠心沈降法による平均粒径が0.1～2.5 μmのものをを用いることが望ましい。

上記添加物としては、次のような形態のものを挙げることができる。

①、上記（A）成分及び（B）成分のみからなる添加物。

②、上記（A）成分、（B）成分及び遷移金属化合物からなる添加物。

③、上記（A）成分、（B）成分及びアルミニウム酸化物からなる添加物。

④、上記（A）成分、（B）成分、遷移金属化合物及びアルミニウム酸化物からなる添加物。

上記（B）成分中のアルカリ土類元素化合物としては、例えばMg、Ca、Sr、Baの酸化物、フッ化物、窒化物又は炭化物を挙げることができ、特にCa、Srの化合物が好ましい。

このように焼結助剤をA<sub>2</sub>N粉末原料に添加することにより確かにA<sub>2</sub>N焼結体の緻密化、高熱伝導率化を達成することが可能となるが、上記焼結助剤ではいずれも1700～1900℃の高温で、長時間の焼結が必要であるため、A<sub>2</sub>N焼結体の低コストの障害となっていた。

（発明が解決しようとする課題）

本発明は、上記従来の課題を解決するためになされたもので、高熱伝導性を損うことなく焼結温度の低下、焼結時間の短縮化を達成したA<sub>2</sub>N焼結体の製造方法を提供しようとするものである。

〔発明の構成〕

（課題を解決するための手段）

本発明は、窒化アルミニウムを主成分とし、これに（A）フッ化アルミニウムと、（B）アルカリ土類元素化合物、希土類元素化合物、アルカリ土類元素希土類元素化合物、アルカリ土類元素アルミニウム化合物、希土類元素アルミニウム化合物及びアルカリ土類元素希土類元素アルミニウム化合物から選ばれる少なくとも1種とを必須成

上記（B）成分中の希土類元素化合物としては、例えばSc、Y、La、Ce、Sm、Eu、Tm、Tb、Dy、Nd、Gd、Pr、Ho、Er、Ybの酸化物、フッ化物、窒化物又は炭化物を挙げることができ、特にY、La、Ceの化合物が好ましい。

上記（B）成分中のアルカリ土類元素希土類元素化合物としては、例えばアルカリ土類元素をR、希土類元素をLnとした時、R-Ln-O、R-Ln-F、R-Ln-C、R-Ln-Nで表わされる化合物を挙げることができ、特にRLn<sub>4</sub>O<sub>7</sub>、RLn<sub>2</sub>O<sub>4</sub>、RLn<sub>4</sub>F<sub>14</sub>が望ましい。

上記（B）成分中のアルカリ土類元素アルミニウム化合物としては、例えばアルカリ土類元素をRとした時、R<sub>2</sub>A<sub>2</sub>O<sub>5</sub>、RA<sub>2</sub>O<sub>4</sub>、R<sub>12</sub>A<sub>14</sub>O<sub>33</sub>、R<sub>3</sub>A<sub>2</sub>O<sub>6</sub>で表わされる酸化物等を挙げることができる。

上記（B）成分中の希土類元素アルミニウム化合物としては、例えば希土類元素をLnと

した時、 $Ln_3Al_5O_{12}$ 、 $LnAlO_3$ 、 $Ln_4Al_2O_9$ で表わされる酸化物等を挙げることができる。

上記(B)成分中のアルカリ土類元素希土類元素アルミニウム化合物としては、アルカリ土類元素をR、希土類元素をLnとした時、 $R-Ln-Al-O$ 系の複合酸化物で表わされるものであり、特に $RLnAlO_4$ 、 $RLnAl_3O_7$ が望ましい。

上記添加物中に含まれる遷移金属化合物としては、例えばTi、Zr、Hf、Ni、Cr、Mn、Fe、Co、Vの酸化物、フッ化物、窒化物又は炭化物を挙げることができ、特にTi、Zr、Hfの化合物が好ましい。

上記添加物中に含まれるアルミニウム酸化物としては、例えば $\alpha-Al_2O_3$ 、 $\gamma-Al_2O_3$ を挙げることができる。

上記添加物のAlN粉末に対する量は、陽イオン換算で0.1～20重量%、より好ましくは0.2～15重量%の範囲することが望ましい。この理由は、

である。

上記各添加物は、遠心沈降法による平均粒径が0.3～2.0  $\mu m$ の粉末又は液相としてAlN原料粉末に加えることが望ましい。液相として加える例としては、陽イオン種元素の硝酸塩をアルコールに溶解してAlN原料粉末に加える方法、又は同陽イオン種元素のアルコキシドをAlN原料粉末に加えた後、加水分解させる方法等を採用し得る。

次に、本発明の製造方法をより具体的に説明する。

まず、AlN粉末に添加物を加え、ボールミル等を用いて粉碎、混合して原料を調製する。但し、常圧焼結の場合は前記ボールミル等で粉碎、混合したものに更にバインダを加え、混練、造粒を行なって原料を調製する。つづいて、バインダを含む原料を金型、静水圧又はシート成形等の手段により成形した後、成形体を $N_2$ ガス気流中にて加熱してバインダを除去する。次いで、成形体を黒鉛、窒化硼素又は窒化アルミニウムからなる容器

添加物の量を0.1重量%未満にすると焼結体の特性改善の効果が充分ではなく、一方その量が20重量%を越えると熱伝導率、高温強度等の特性劣化が無視できなくなる恐れがあるからである。また、添加物中のフッ化アルミニウムの量は0.05～5重量%とすることが望ましく、0.05重量%未満にすると特性改善効果を十分に達成し難く、かといって5重量%を越えると焼結体中に気泡が残留する場合があります、緻密な焼結体が得難くなるからである。更に、添加物中に遷移金属化合物及びアルミニウム酸化物を含ませる場合、各成分は夫々0.01～3重量%添加することが望ましい。この理由は、遷移金属化合物の添加量を0.01重量%未満にすると焼結体の高強度化や着色化を十分に達成できず、かといって3重量%を越えると焼結体の熱伝導率を低下させる恐れがあるからである。アルミニウム酸化物の添加量を0.01重量%未満にすると該酸化物の添加効果である焼結性の向上化を十分に達成できず、かといって3重量%を越えると焼結体の熱伝導率を低下させる恐れがあるから

にセットし、 $N_2$ ガス雰囲気中にて1400～1850℃で常圧焼結を行なう。一方、ホットプレス焼結の場合は前記ボールミルで粉碎、混合して調製した原料を1400～1800℃の温度でホットプレスを行なう。

#### (作用)

本発明によれば、窒化アルミニウムを主成分とし、これに(A)フッ化アルミニウムと、(B)アルカリ土類元素化合物、希土類元素化合物、アルカリ土類元素希土類元素化合物、アルカリ土類元素アルミニウム化合物、希土類元素アルミニウム化合物及びアルカリ土類元素希土類元素アルミニウム化合物から選ばれる少なくとも1種とを必須成分とする添加物を陽イオン種の元素換算で0.1～20重量%加えて焼結することによって、低い焼結温度、短時間で緻密かつ高熱伝導率のAlN焼結体を製造できる。こうした作用については、明らかではないが、次のようなメカニズムによるものと推定される。

即ち、添加物の主要成分であるフッ化アルミニ

ウム ( $AlF_3$ ) による反応促進効果が挙げられる。 $AlF_3$  は、通常の雰囲気下では融点を持たず、加熱すれば分解しないで昇華する。そして、蒸気圧は1300℃付近で1気圧に達する。 $AlN$ 原料粉末の焼結に際しては、 $AlN$ 原料粉末中に不可避免的に混入する不純物酸素と添加物との反応により液相を生成し、液相焼結により緻密化が進行するものと考えられる。 $AlF_3$  は、この反応をより低温、短時間で進行させる効果があるものと考えられる。例えば、添加物として  $Y_2O_3$  を  $AlN$ 原料に加えた系を考えると、焼結後の粒界付近には  $Y-Al-O$  系の複合酸化物が生成しており、これらの生成物が焼結温度で液相となる。この場合、生成相が  $Y_3Al_5O_{12}$  とするとその液相温度は1760℃と考えられており、緻密な  $AlN$ 焼結体を得るためにはこれ以上の温度(約1800℃)で焼結する必要がある。これは、一見  $Y_2O_3$  と  $Al_2O_3$  の二成分系の反応と類似しており、事実、酸素を含む  $AlN$ 原料粉末を非酸化性雰囲気で加熱しても1300℃付近から  $\alpha$ -

成できる。しかも、焼結体を着色し、また他の成分との組み合わせにより各種の色調が得られ、焼結体の色むらを隠蔽して美観を高め、更に半導体メモリの放熱基板として用いた場合に該メモリの誤動作の原因となる光を遮蔽することができる。また、前述したアルミニウム酸化物を含む③、④の添加物を使用することによって、 $AlN$ 焼結体の焼結性の改善化を達成できる。とりわけ、不純物酸素量が少なく、かつ粒径の大きい  $AlN$ 粉末の焼結や成形後の脱バインダが不十分で残留炭素量の多い成形体の焼結性を効果的に改善できる。

#### (発明の実施例)

以下、本発明の実施例を詳細に説明する。

#### 実施例 1

まず、不純物酸素を0.7重量%含有し、平均粒径が1.2  $\mu m$  の  $AlN$ 粉末に添加物として平均粒径1.0  $\mu m$  の  $Y_2O_3$  3重量% ( $Y$ 換算; 2.36重量%) 及び平均粒径1.3  $\mu m$  の  $AlF_3$  0.3重量% ( $Al$ 換算; 0.094重量%) を加え、ボールミルを用いて解砕、混合して原料を調製した。つづ

$Al_2O_3$  の生成が確認される。

本発明者らは、 $Y_2O_3$  と  $Al_2O_3$  粉末を  $3Y_2O_3 \cdot 5Al_2O_3$  又は  $2Y_2O_3 \cdot Al_2O_3$  などの定比組成となるように混合し、空气中で1500℃まで加熱すると、定比組成物の他に未反応の  $Y_2O_3$  と  $Al_2O_3$  が多く存在するが、 $AlF_3$  を微量(例えば0.5重量%程度)加えると、同一条件下で全て定比組成物に変換されており、未反応物は残っていないことを確認した。

また、添加物のもう一つの(B)成分であるアルカリ土類元素化合物、希土類元素化合物等は従来の技術で説明したように焼結性を向上して  $AlN$ 焼結体の緻密化及び高熱伝導率化に寄与するものである。

更に、前述した遷移金属化合物を含む②、④の添加物を使用することによって  $AlN$ 焼結体の高強度化及び着色化を達成できる。即ち、遷移金属化合物を含む系の添加物は  $AlN$ 原料の焼結及び粒成長を阻害することなく焼結体内に均一に分布し、ピンニング効果による焼結体の強度増加を達

いて、この原料にアクリル系バインダを7重量%添加して造粒した後、500  $Kg/cm^2$  の圧力でプレス成形して50  $cm \times 50 cm \times 8 cm$  の寸法の圧粉体とした。ひきつづき、この圧粉体を窒素ガス雰囲気中で700℃まで加熱してアクリル系バインダを除去した。次いで、この圧粉体をカーボン製容器中にセットし、窒素ガス雰囲気下にて1700℃で30分間常圧焼結して  $AlN$ 焼結体を製造した。

#### 実施例 2~11、比較例 1~3

原料として後掲する第1表に示す  $AlN$ 粉末、添加物である混合粉末からなるものを用いた以外、実施例1と同様な方法により13種の  $AlN$ 焼結体を製造した。但し、 $CaO$  は  $CaCO_3$  を重量換算して添加し、平均粒径は  $n$ -ブタノールを分散媒とした時の遠心沈降径を示す。

しかして、本実施例1~11及び比較例1~3で得られた各  $AlN$ 焼結体の密度を測定した。また、各  $AlN$ 焼結体を研削して直径10  $mm$ 、厚さ2.5  $mm$  の円板を作製し、これらを試験片としてレーザンラッシュ法によって熱伝導率を測定した。なお、

測定に際しての温度は $21^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ とした。これらの結果を後掲する第1表に示す。

後掲する第1表から明らかなように本実施例1～11のA<sub>2</sub>N焼結体は、比較例1～3のA<sub>2</sub>N焼結体に比べて緻密性及び熱伝導率のいずれの特性についても優れていることがわかる。

#### 実施例12

まず、不純物酸素を0.9重量%含有し、平均粒径が $1.5\text{ }\mu\text{m}$ のA<sub>2</sub>N粉末に添加物として平均粒径 $0.8\text{ }\mu\text{m}$ のCaCO<sub>3</sub>をCaO換算で1.0重量% (Ca換算: 0.714重量%) 及び平均粒径 $1.3\text{ }\mu\text{m}$ のA<sub>2</sub>F<sub>3</sub> 0.5重量% (A<sub>2</sub>換算: 0.161重量%) を加え、ボールミルを用いて解砕、混合して原料を調製した。つづいて、この原料にアクリル系バインダを7重量%添加して造粒した後、 $500\text{ kg/cm}^2$ の圧力でプレス成形して $30\text{ cm} \times 30\text{ cm} \times 8\text{ cm}$ の寸法の圧粉体とした。ひきつづき、圧粉体を窒素ガス雰囲気中で $700^{\circ}\text{C}$ まで加熱してアクリル系バインダを除去した。次いで、この圧粉体をカーボン製容器中にセットし、窒素ガス雰囲気下

で $1600^{\circ}\text{C}$ で夫々10分間、30分間、60分間、180分間、300分間及び720分間常圧焼結して6種のA<sub>2</sub>N焼結体を製造した。

#### 比較例4

まず、不純物酸素を0.9重量%含有し、平均粒径が $1.5\text{ }\mu\text{m}$ のA<sub>2</sub>N粉末に添加物として平均粒径 $0.8\text{ }\mu\text{m}$ のCaCO<sub>3</sub>をCaO換算で1.0重量%を加え、ボールミルを用いて解砕、混合して原料を調製した。つづいて、この原料を用いて実施例12と同様な方法により常圧焼結して8種のA<sub>2</sub>N焼結体を製造した。

しかし、本実施例12及び比較例4で得られた各A<sub>2</sub>N焼結体について密度及び室温での熱伝導率を測定した。これらの結果を後掲する第2表に示す。

後掲する第2表から明らかなように本実施例12では60分間という短時間の焼結においても高密度で高熱伝導率のA<sub>2</sub>N焼結体を得ることができることがわかる。

#### 実施例13～21、比較例5、6

原料として後掲する第3表に示すA<sub>2</sub>N粉末、添加物である混合粉末からなるものを用い、これらを同第3表に示す条件で焼結した以外、実施例1と同様な方法により11種のA<sub>2</sub>N焼結体を製造した。但し、CaOはCaCO<sub>3</sub>を重量換算して添加し、平均粒径はn-ブタノールを分散媒とした時の遠心沈降径を示す。

しかし、本実施例13～21及び比較例5、6のA<sub>2</sub>N焼結体について実施例1と同様に方法により密度及び室温での熱伝導率を測定した。また、各A<sub>2</sub>N焼結体を研削して幅4mm、厚さ3mm、長さ40mmの各棒を夫々6本作製し、これらを抗折強度測定用試験片として、支点間距離20mm、クロスヘッド速度 $0.5\text{ mm/min}$ の条件で3点曲げ強度を測定した。更に、各A<sub>2</sub>N焼結体の色を観察した。これらの結果を後掲する第3表に併記した。

後掲する第3表から明らかなように、本実施例13～21のA<sub>2</sub>N焼結体は比較例5、6の焼結体に比べて密度、熱伝導率及び3点曲げ強度のいずれ

も優れていることがわかる。

#### 〔発明の効果〕

以上詳述した如く、本発明によれば高熱伝導性を損うことなく、焼結温度の低下、焼結時間の短縮化を達成でき、ひいては緻密かつ高熱伝導率を有する回路基板等に好適なA<sub>2</sub>N焼結体を高歩留りでかつ低コストで製造し得る方法を提供できる。

第 1 表

	Al <sub>2</sub> N粉末			添 加 物		密 度 (g/cm <sup>3</sup> )	熱伝導率 (W/m·K)
	平均粒径 (μm)	酸素含有量 (重量%)	配 合 量 (重量%)	添 加 物 組 成 (重量比)	配 合 量 (重量%)		
実施例 1	1.2	0.7	96.7	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> :AlF <sub>3</sub> =3:0.3	3.3	3.30	191
2	"	"	"	CaYAlO <sub>4</sub> :AlF <sub>3</sub> =3:0.3	"	3.29	186
3	1.8	0.3	97.8	CeO <sub>2</sub> :AlF <sub>3</sub> =2:0.2	2.2	"	215
4	"	"	98.8	YF <sub>3</sub> :AlF <sub>3</sub> =1:0.2	1.2	3.28	209
5	"	"	99.6	YF <sub>3</sub> :AlF <sub>3</sub> =0.2:0.2	0.4	3.26	135
6	1.3	2.9	79.0	La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> :AlF <sub>3</sub> =20:1	21.0	3.65	103
7	"	"	"	Nd <sub>2</sub> O <sub>3</sub> :AlF <sub>3</sub> =20:1	"	3.58	102
8	2.5	0.1	97.8	YF <sub>3</sub> :CaYAlO <sub>4</sub> :AlF <sub>3</sub> :γ-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> =1:0.5:0.2:0.5	2.2	3.29	213
9	1.2	0.7	98.7	CaO:AlF <sub>3</sub> =1:0.3	1.3	3.26	165
10	"	"	95.7	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> :CaO:AlF <sub>3</sub> =3:1:0.3	4.3	3.29	185
11	"	"	96.7	CaY <sub>4</sub> O <sub>7</sub> :AlF <sub>3</sub> =3:0.3	3.3	"	187
比較例 1	1.2	0.7	97.0	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3.0	3.08	135
2	1.3	2.9	79.0	La <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	21.0	3.20	68
3	1.2	0.7	99.0	CaO	1.0	3.18	136

第 2 表

添加物	実施例 1 2		比較例 4	
	CaO AlF <sub>3</sub>	1.0重量% 0.5重量%	CaO AlF <sub>3</sub>	1.0重量% 0.5重量%
焼 結 時 間 (分)	密 度 (g/cm <sup>3</sup> )	熱 伝 導 率 (W/m·K)	密 度 (g/cm <sup>3</sup> )	熱 伝 導 率 (W/m·K)
10	2.76	28	2.15	18
30	3.05	90	2.32	23
60	3.24	110	2.62	26
180	"	125	2.80	30
300	3.25	136	3.15	91
720	"	165	3.24	153

第 3 表

	Al <sub>2</sub> N粉末			添 加 物		焼 結 条 件		密度 (g/cm <sup>3</sup> )	熱伝導率 (W/m·K)	3点曲げ 強度 (kg/mm <sup>2</sup> )	焼結体の 色調
	平均粒径 ( $\mu$ m)	酸素含有量 (重量%)	配 合 量 (重量%)	添 加 物 組 成 (重量比)	配 合 量 (重量%)	温度 (℃)	時間 (hr)				
実施例13	1.5	0.9	94.0	Gd <sub>2</sub> O <sub>3</sub> :AlF <sub>3</sub> :ZrO <sub>2</sub> =5:0.5:0.5	6.0	1800	1	3.38	201	52	茶 褐 色
14	"	"	"	CeO <sub>2</sub> :AlF <sub>3</sub> :TiO <sub>2</sub> =5:0.5:0.5	"	"	"	3.34	207	53	黒
15	"	"	94.5	YN:AlF <sub>3</sub> =5:0.5	5.5	"	"	3.31	202	42	ク リ ー ム
16	"	"	95.5	Eu <sub>2</sub> O <sub>3</sub> :CaYAlO <sub>4</sub> :AlF <sub>3</sub> =1:3:0.5	4.5	"	"	3.32	196	43	ピ ン ク
17	"	"	95.0	YF <sub>3</sub> :AlF <sub>3</sub> =4:1	5.0	1850	1.6	3.26	265	40	ク リ ー ム
18	1.2	1.5	"	YF <sub>3</sub> :AlF <sub>3</sub> =4:1	"	1550	"	3.27	215	"	"
19	1.5	0.9	96.5	Ca <sub>3</sub> N:AlF <sub>3</sub> =3:0.5	3.5	1700	0.5	3.24	183	41	白
20	"	"	"	Ca <sub>2</sub> C:AlF <sub>3</sub> =3:0.5	"	"	"	3.26	182	43	"
21	1.8	0.3	97.5	CaO:AlF <sub>3</sub> :ZrO <sub>2</sub> : $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> =1:0.5:0.5:0.5	2.5	1800	"	3.29	192	49	茶 褐 色
比較例5	1.5	0.9	95.0	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5.0	1700	"	3.12	142	28	白
6	"	"	99.0	CaO	1.0	"	"	3.18	129	32	"